

內部參考資料

金相試樣的選取磨製和侵蝕

金相檢驗參考資料之一

中央第一機械工業部

上海綜合工業試驗所編

1954年11月

金相試樣的選取磨製和侵蝕

金相檢驗參考資料之一

江苏工业学院图书馆
藏书章

中央第一機械工業部

上海綜合工業試驗所編

目 錄

- (一) 試樣之選取及其表面形式.....(1)
- (二) 試樣之大小及其鑲嵌.....(3)
- (三) 試樣之磨製.....(7)
- (四) 試樣之侵蝕與保藏.....(11)
- (五) 試樣之電解拋光及侵蝕法.....(22)

金相檢驗之主要目的，在於利用顯微鏡以觀察金屬及其合金之組織與結構；僅在若干特殊情況下，檢驗物只需經較簡單之處理即可。一般的，樣品之選擇與製備對試驗結果之正確性頗為重要。由於設備之不同，以及人為因素之存在，金相樣品之製備，極難為之規定適當標準。下列各節所述者僅為經驗所證明，常能成功之操作方法。

(一)試樣之選取及其表面形式

鋼鐵於液體狀態下，成份較為均勻，但凝固後，由於偏析作用，各處組織遂無法一致。取一鑄件於橫截面視之，其組織內外各異。若續經機械加工，則變化尤烈。故金相檢驗中，試樣地位之選取應詳加考慮，一般常隨試驗之要求而決定。

1. 作一般性檢驗時試樣須於偏析現象最嚴重地區截取；鋼條鋼絲則於兩端分別取樣。

2. 檢定鋼材或成品因加工或使用過程中發現損壞現象之原因時，試樣之選取務必包含該破損地區，至少亦得包含其一部份。此外，完整部份亦得另行取樣，以資比較。

3. 作研究工作時試樣則隨研究目的而決定。

除試樣之截取地位外，我們應磨製何一平面實亦堪注意者。其平面之種類如圖 1 所示。

橫截面與主軸垂直之試樣位置(己)常用以決定：

- (1) 試樣自外緣至中心之組織變化。
- (2) 非金屬夾雜物於整個截面上之分佈情況。
- (3) 表面脫碳或硬化程度。
- (4) 表面瑕疵深度。
- (5) 侵蝕深度。
- (6) 表面保護塗料之厚度及其組織。

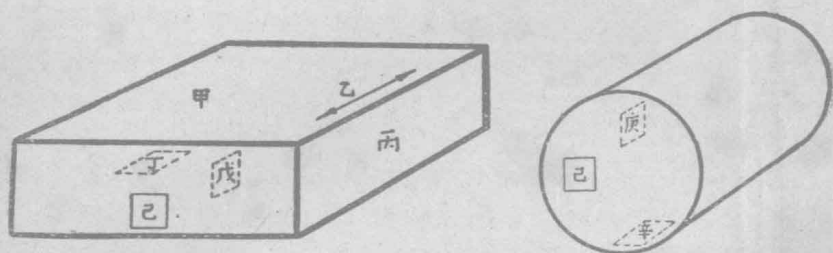


圖1 試樣之各種不同表面

- 甲 軋製表面
- 乙 軋製平面
- 丙 軋邊
- 丁 與軋製表面平行之縱截面
- 戊 與軋製表面垂直之縱截面
- 己 橫截面
- 庚 放射縱截面
- 辛 切線縱截面

縱截面與主軸平行之試樣位置(丁,戊,庚,辛)常用以決定:

- (1) 非金屬夾雜物的大小及其變形情況。
- (2) 由晶粒之歪曲以決定試樣之塑性變形。
- (3) 決定帶狀組織之存在與否。
- (4) 測定熱處理手續是否完善。

試樣若係鋼絲或直徑較小之鋼條，則常截取經過該試樣中心之縱截面及橫截面各一塊同時檢定之。

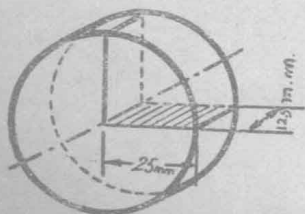


圖2 小型金相試樣之取樣法

必須着重提出者，測定鋼鐵中非金屬夾雜物時試樣截取位置對結果之判斷關係甚大。其觀察面除須與縱軸平行外，且應盡可能包含自邊緣至中心各部份。圖2示一50m/m元鋼之取樣方法，影線示其拋光平面。尺寸過大之試體為適當減少試樣數量起見，常於半徑之中心部份截取，如圖3所示。

當欲檢驗之試樣位置及表面已決定後即須自原件上截取。此項手續如試樣係軟鋼，有色金屬之類則甚為簡便，只須用手鋸即可。唯遇試體較大（如大型鋼錠）或硬質合金鋼，白口鐵時普通切鋸手續即無法應用，此時前者宜用氧乙炔焰燒割，而後者則用薄砂輪割切。砂輪切割機如圖 4 所示，主要者為一薄型切輪，厚度約 $\frac{1}{16}$ 吋，含有金鋼砂或金剛石粉等，轉速極高，通常

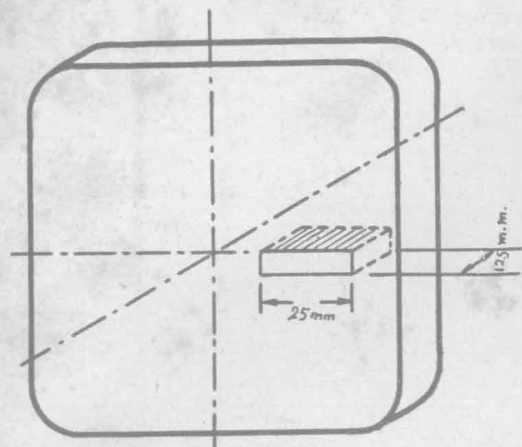


圖 3 大型金相試樣之取樣法

在 2,800 轉左右。

均須注意：無論採用何種方法取樣。其組織不應因溫度升高而起任何變化。例如用氧乙炔焰燒割時，其燒割邊緣必須與正式試樣保持相當距離；用砂輪取樣時，亦必須用水冷卻，俾試樣不致因過熱而改變其組織。圖 5 示一馬氏體硬化鋼取樣時於不同情況下切割所得結果。

（二）試樣之大小及其鑲嵌

試樣之大小以面積不超過 6 平方公分（通常在 4~6 平方公分）或直徑在 1.5~2.5 公分，厚度在 1.5~2.0 公分為宜。過大之試樣如非必要，則徒費人工與材料；過小者又不易掌握。試樣過高，除於

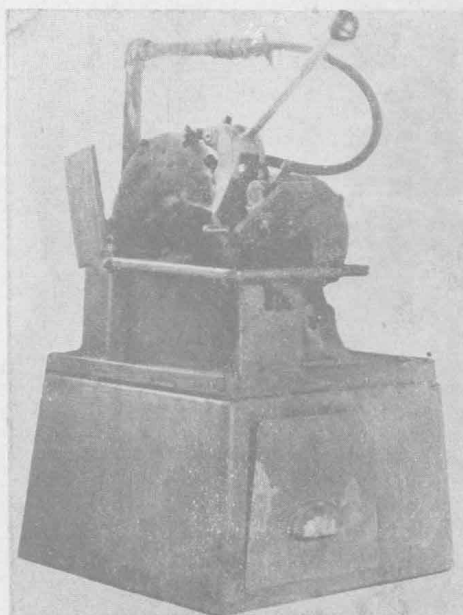
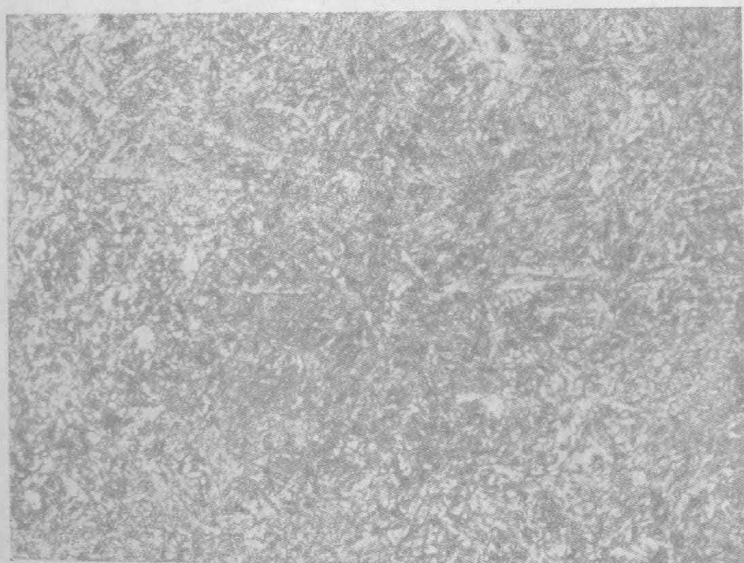


圖 4 金相樣品切割機

以後磨製時，易將邊緣部份磨圓使試樣表面形成球面狀外，且工作時易使手指受傷。



(a)



(b)

圖5 馬氏體硬化鋼因取樣不當，影響原有組織：(a)水中切割所得者，白馬氏體，硬度為洛氏丙(Re)65；(b)空氣中切割所得者，回火馬氏體，硬度為洛氏丙(Re)32。

若試體本身甚小，如金屬碎片，鐵絲，鐵皮等於磨製手續中無法掌握，或須檢查試樣邊緣之組織情況時則可選用下列方法之一，將試樣鑲嵌。

1. 機械鑲嵌法：

將試樣鑲入鋼管或鋼夾板內如圖 6 所示。此法須注意試樣與鋼管或鋼板應保持緊密接觸；用鋼板鑲嵌，尚須用銅片間隔，以防磨損試樣之邊緣（銅圈或鋼板之硬度最好與試樣之硬度相近）。

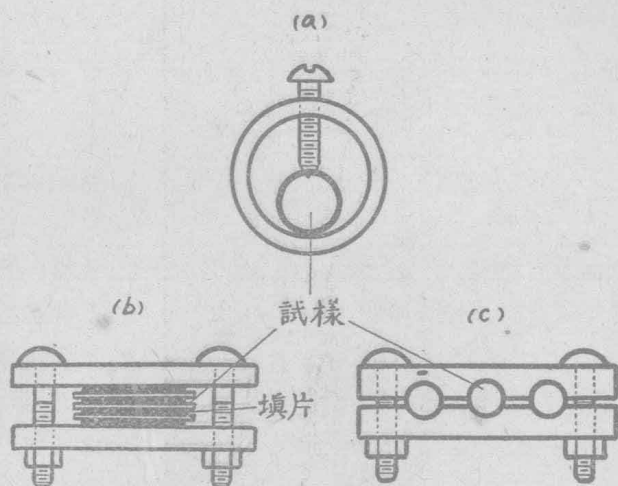


圖 6 試樣機械鑲嵌法

2. 黏合鑲嵌法：

此法即將試樣鑲入熔化後之低熔點物質中，製成一具有適當面積，而高約為12mm之樣品。該項低熔點物質之熔點不宜過高，以防改變試樣原有組織，且其抗腐蝕性能必須較強方為合適。常用之低熔點物質如硫黃，火漆，焊接合金（50%錫，50%鉛），或武氏合金（50%鉍，25%鉛，12.5%錫，12.5%鎳）等。

3. 電木粉鑲嵌法：

應用電木粉鑲嵌需一簡單鑲壓機如圖 7(a)所示，圖 7(b)為手續中必需之壓模。此項操作方法簡單省時（自開始至終了為時約20分鐘。若繼續進行第二試樣，則時間更短，約10分鐘即可），且能將甚小而不規則

之樣品，鑲製成同一大小之試樣如圖 8 所示（一般直徑為25m/m）。其優點有下列各項：

- (1) 試樣與塑料相結合甚為緊密。
- (2) 鑲嵌溫度甚低（約在 $130^{\circ}\text{C} \sim 140^{\circ}\text{C}$ ），故對試樣內部組織的影響不大。
- (3) 抗腐蝕性甚強，能防禦一般應用之侵蝕劑。
- (4) 能得一極平坦之表面。

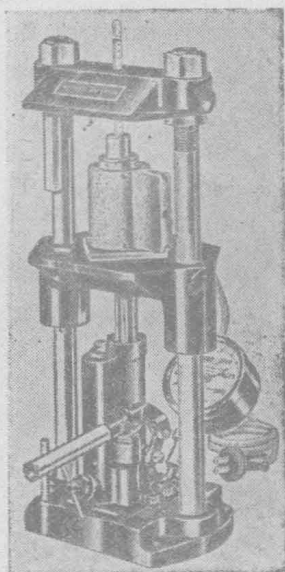


圖 7 (a) 試樣電木粉鑲嵌機。

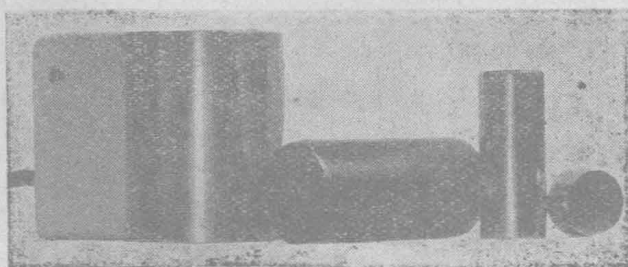


圖 7 (b) 電木粉鑲嵌機用之壓模及加熱器

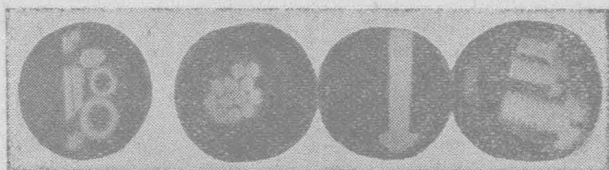


圖8 鑲嵌完畢之試樣

用普通工業用電木粉鑲嵌時，加壓至176~246公斤/平方公分(2,500~3,500磅/平方吋)，加熱至120—130°C，俟其冷却片刻即可取出。用透明電木粉時，壓力相同，惟溫度稍高，約140—150°C。於此最高溫度下維持約5~7分鐘，然後冷却至75°C左右，取出即成透明鑲嵌物。

(三)試樣之磨製

一般試樣的磨製，可分粗磨，細磨，拋光三種：

1.粗磨：

準備好的試片，即可於粗砂輪上開始磨製。試驗室中如無專為作金相檢驗用之濕磨機時，一般工廠應用之砂輪機亦甚合適。磨製工作中應注意事項如下：

- (1) 必須保持試樣之原有組織，不得因受熱而發生變化。如淬火後之試樣，於磨製過程中，加壓過大，或研磨時間過長則告回火，故樣品應隨時用水冷却之。
- (2) 磨時手指前後用力均勻，避免試樣一邊受力過多，遂使表面凹凸不平。
- (3) 用力不宜過重，以免產生較深之劃痕及紛亂金屬層，此項缺陷常能增加以後在細磨及拋光手續中甚多不必要之困難。
- (4) 試樣上之稜角若無需保持者，應先磨圓，以免在細磨及拋光手續中將砂紙或磨布撕裂，甚至將試樣飛出傷及手指。

當試樣表面已告完全平坦，則粗磨手續即可停止。在繼續進行細磨工作前，試樣及檢驗人員之雙手均應用清水沖洗，以防粗粒子攜至較細之砂紙上，造成嚴重劃痕現象。

2.細磨

樣品第二部磨製手續為細磨工作，其必須之應用器材為一系列不

同粗細之金相砂紙，通常包括 #2, #1, #0, #2/0, #3/0, #4/0 六種。實驗室中如無特殊設計之金相盤磨機時，則可將砂紙平放在玻璃板上，用手研磨之(見圖 9 所示)。

細磨工作中應注意事項如下：

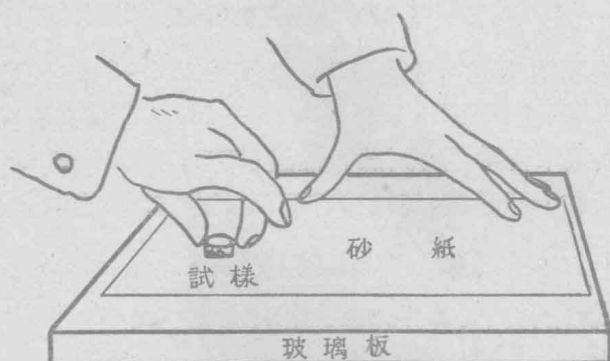


圖9 試樣手磨法

- (1) 以#2砂紙開始，然後依次用#1, #0, #2/0, #3/0, #4/0細磨，不宜超越進行。
- (2) 手握試樣務求平穩，施力均勻，壓力不宜過重，以免產生較深劃痕及嚴重紛亂金屬層。
- (3) 每更換一號砂紙時試樣及工作者之雙手均須經清水洗滌，以免有較粗粒子被攜至次一號砂紙上，引起較深劃痕，(通常，砂紙均用紙袋分置之)。
- (4) 每更換一號砂紙時，試樣研磨方向應旋轉90度，研磨手續至前道劃痕全部消失時即告停止。
- (5) 所採用之砂紙質量必須較佳，尤以粒子之均勻與否為最重要。過舊者由於其切割性能較差，易引起紛亂金屬層之產生，故儘可能不用。同時，曾磨過硬質材料之砂紙，不得磨製軟質材料之試樣。
- (6) 一般鋼鐵試樣如無特殊需要，磨至#2/0砂紙後即可進行最後拋光手續。但在某些情況下，如磨製軟質金屬如18—8不銹鋼，鉛，鎂等合金，或測定鋼鐵中非金屬夾雜物，石墨碳分

佈情況時，則以繼續採用 # 3/0 及 # 4/0 爲宜（磨製軟質金屬時砂紙表面常加敷火油，以增加其潤滑性，避免砂粒嵌入金屬內部）。

（7）作鋼鐵的特殊性檢驗如含夾雜物情況，石墨碳分佈等，磨製時用力宜輕，且以單方向研磨爲宜，以避免被曳出之危險。

3. 拋光

拋光的目的是在於去除試樣表面剩餘之劃痕，使最後呈一均勻平坦光滑無疵之鏡面。所需設備主要爲拋光機，拋光機之磨盤直徑爲 20—25 公分，由電動機直接拖動之。轉速在每分鐘 300~700 轉，用變速機加以調節。

拋光粉及磨布係拋光手續中所必須之工具。拋光粉須符合下列條件方爲合適：

- （1）有高度之硬性。
- （2）顆粒之外形必須尖銳，以增加其切割性能。
- （3）符合一定細度，且大小均勻，一般均須達到 #500~600 相當標準篩號。

常用之拋光粉有下列幾種：

- （1）金剛砂——粗拋及拋光性質較硬之材料用。
- （2）氧化鎂——軟質材料細拋時常採用之。該項材料必須嚴密保藏，不用時不得露於空氣中，因氧化鎂極易與空氣中之水份及二氧化碳作用成顆粒較大，性質較軟之碳酸鎂，失去其原有之拋光作用。
- （3）氧化鋁——細拋手續中最常用之拋光粉，實驗室中少量製備手續如下：

第一法：以瓷皿或氧化矽皿盛純粹之鉍明礬（即硫酸鉍鋁），在煤氣燈上加熱，使之分解並驅盡結晶水。然後再將其置於電爐內，加熱至 1000°C 維持 4 小時，鉍明礬即崩碎成爲細粉狀之氧化鋁，冷卻後即可用作拋光粉，毋須再加處理。應用此法，大概每克鉍明礬可製得 0.1 克氧化鋁粉。

注意：(1) 鉍明礬在電爐內加熱時，分解而產生大量 SO_3 及 NH_3 等氣體。故電爐應有通風設備，或爐門勿全關閉，留有隙口，使此等氣體得以逸出。(2) 用此法製成之氧化鋁，雖細度尚可，但硬度較差。

第二法：以市上購得之普通粗氧化鋁粉（係無定形者），加水後用裝有燧石彈子之球磨機打細之。然後用澄清法，取其上部顆粒較細者烘乾，再置於電爐內加熱至 $1350^\circ \sim 1400^\circ\text{C}$ ，維持約一小時，則原來無定形氧化鋁即能逐漸變成結晶形氧化鋁，冷卻後取出即可應用（或取出於爐外冷卻亦可）。

注意：用此法製成之氧化鋁，硬度頗好，可用以拋光經淬火之鋼樣，惟細度較差，故最好在製成以後再澄清一次，去掉其先行沉澱之粗粒子。

磨布之種類頗多，其選擇隨試樣之性質及檢驗目的而決定。常用者為帆布、絨布及綢絹等數種，前者適用於粗拋工作，後者則適用於精拋。

拋光手續一般可分粗拋與精拋兩種，方法頗為相似，即取磨布一塊，先浸濕之再覆蓋於拋光機磨盤上，四週用鐵圈紮緊，然後敷若干拋光乾粉於磨布表面，用手指數平使之均勻分佈（亦可先配製成拋光粉與適當水份之混合液，約為 $15\text{g}/100\text{ml}$ ，應用時灑在磨布上）。此後，轉動馬達，手握試樣於磨布上進行拋光。兩者不同之處，除前者之轉速較高外（粗拋速度約為 $400 \sim 500\text{R.P.M.}$ ，精拋約為 $280 \sim 300\text{R.P.M.}$ ），磨布亦係各異。

粗磨後，試樣須經清洗，再可繼續進行精拋。精拋完畢試樣，再用清水洗滌，酒精沖洗而後吹乾，以備作侵蝕手續。

粗拋手續雖能減少精拋所需時間，但某些金屬或其合金，於粗拋過程中常使試樣表面造成麻點，影響結果之判斷，此時粗拋應予刪除，細磨後之試樣直接進行精拋。

如無拋光機設備之試驗室，拋光手續亦可如下進行：即取綢絹一小塊，覆於玻璃板上，敷以拋光粉後進行手拋。此法除拋光粉消耗量極省外，試樣表面亦合理想要求，故實為可推荐者。

拋光手續中必須注意事項如下：

- (1) 磨布濕度與結果有關，過濕者常能使非金屬夾雜物或鑄鐵中之石墨碳拉掉，且能減低拋光作用；過乾者又易使試樣表面發生污跡，影響結果判斷。
- (2) 用拋光機拋光試樣表面，性軟者速度須較低，性硬者速度則可略高（速度與距磨盤中心之長度有關，中心最慢，邊緣較快）。
- (3) 拋光時壓力亦不宜過重，且所需時間不宜過長，以免產生嚴重紛亂金屬層。
- (4) 欲保留非金屬夾雜物或石墨碳，磨布以採用性硬而無毛之絲絹為宜，且磨布不宜過濕。
- (5) 拋光時應將試樣在磨盤上沿半徑內外移動，並略加轉動，以使試樣各部拋光程度一致，且避免產生彗星狀態之跡痕。
- (6) 磨布上須絕對無任何較粗顆粒存在，以免試樣表面產生嚴重劃痕。如一旦已有此現象發生，而對結果之判斷尚無多大影響時，試樣仍可應用，否則即須重磨。

(四) 試樣之侵蝕與保藏

金相試樣經拋光後，表面已呈光澤似鏡面狀。除作非金屬夾雜物或鑄鐵中之石墨碳分佈情況等檢驗外，為使顯微鏡下能觀察其內部組織起見，則須作必要之侵蝕手續。侵蝕作用之主要原理，係利用試樣組織各種不同成份對侵蝕劑之化學反應敏感度不同，結果呈一高低不平之表面，顯微鏡下視之各部份即有不同亮度。

一般之侵蝕手續極為簡單，即將試樣浸入一已盛有配就之侵蝕劑容器內，不斷輕微移動，至一定程度後即行取出，且迅速用清水沖淨，然後表面用酒精洗噴，而後吹乾之。

為欲得完善理想之侵蝕表面，必須注意下列各項：

- (1) 試樣侵蝕前應徹底洗淨，表面切忌存有任何污垢及用手指撫摩後留下之指印，以阻礙侵蝕之進行。
- (2) 為求得一均勻之侵蝕面，試樣於未侵蝕前，可先用酒精潤濕之，且於侵蝕過程中在侵蝕液內不斷移動，但表面不得與容器

侵蝕 — 清水洗 — 酒精洗噴 — 吹干

之底部接觸。

- (3) 侵蝕劑之選取對結果之完善與否有莫大關係。常由於侵蝕劑之不當而造成錯誤或模糊之結果(見圖10~13所示)。

侵蝕劑須視試樣之性質及檢驗目的而決定,其種類頗多,詳見附錄。鋼鐵試樣之常用侵蝕劑有二: 即1—5%之硝酸酒精溶液及苦味酸酒精溶液。前者侵蝕速度較速,配製較易,採用亦較廣泛;後者除飽和溶液外,亦有採取較淡者。兩者之侵蝕特性如下:

- (i) 用4%苦味酸酒精溶液:

(甲) 能最清晰地顯示珠光體、馬氏體、回火馬氏體及貝氏體。

(乙) 揭露馬氏體中未溶解之碳化物。

(丙) 利用侵蝕後亮暗不同以區別鐵素體馬氏體, 及塊狀碳化物。

(丁) 用以區別細珠光體及貝氏體。

(戊) 能顯示低碳鋼或熟鐵中晶粒邊界上之碳化物小粒。

- (ii) 用1—5%之硝酸酒精溶液:

(甲) 能顯示低碳鋼中之鐵素體晶粒間界。

(乙) 珠光體與網狀碳化鐵或鐵素體間能產生最大陰陽差。

(丙) 能顯示電工用矽鋼中之晶界。

(丁) 以及其他苦味酸不易侵蝕之試樣。

- (4) 侵蝕劑之濃度不宜過大,以免作用過速,無法控制。

- (5) 侵蝕時間視金屬之性質,侵蝕劑之濃度,及顯微鏡下觀察時之放大倍數而定,由幾秒至卅分鐘不等,至能於顯微上清晰顯出金屬組織爲宜(見圖14)。若侵蝕程度不足,可再繼續進行侵蝕,或重拋後再行侵蝕。一旦侵蝕過度,則試樣須重新自粗磨開始。

- (6) 試樣於磨製過程中,表面常有紛亂金屬層存在,侵蝕後原有組織不能完全顯出(如圖15—17所示),此時可在磨盤上重行拋

光,再行侵蝕,如此三四次即可除去(某種金屬常須重覆十餘次者)。若紛亂金屬層過於嚴重,用此法亦無法全部消去時,試

(a)



(b)

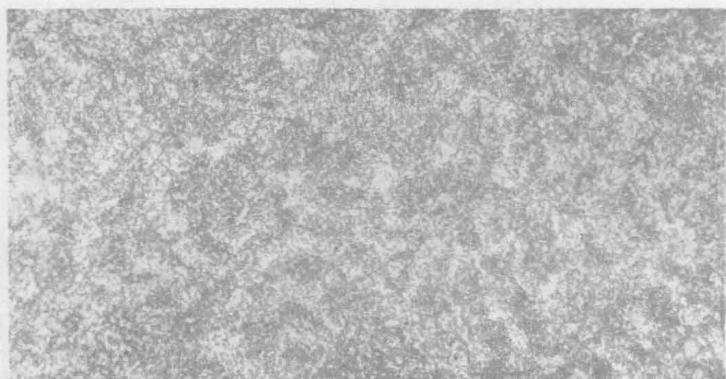


圖10 過共析鋼珠光體用不同侵蝕劑侵蝕結果。 $\times 500$

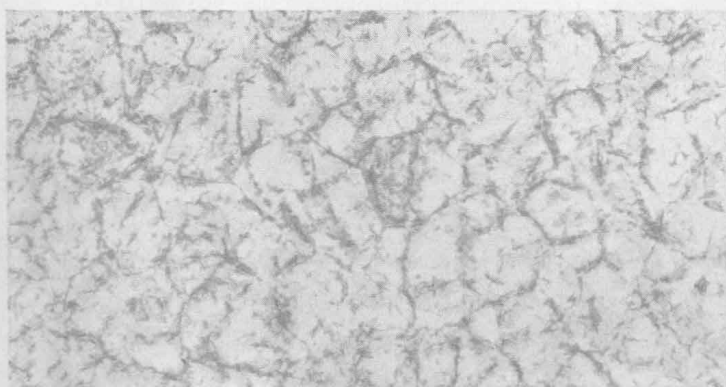
(a)用4%苦味酸酒精溶液侵蝕結果,陰陽差極低。

(b)用2.5%苦味酸酒精溶液及2.5%鹽酸溶液侵蝕結果,珠光體正常。

樣務必重磨。



(a)



(b)

圖11. 回火馬氏體用不同侵蝕劑侵蝕結果。 $\times 100$

(a) 用1%硝酸酒精溶液侵蝕結果, 原有奧氏體晶粒度無法測定。

(b) 用1%苦味酸酒精溶液及5%鹽酸溶液之混合液侵蝕結果, 奧氏體晶粒間界即極為明顯。